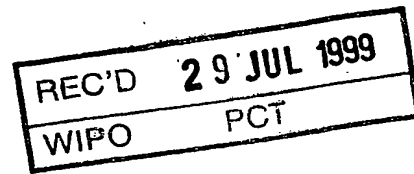


BUNDEREPUBLIK DEUTSCHLAND

EDU

PRIORITY
DOCUMENTSUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Bescheinigung DE 99/1186

Die Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung eV in
München/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Wärmebehandlungsanlage, insbesondere
Wärmebehandlungsöfen"

am 20. April 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprüngli-
chen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole
C 21 D und F 27 D der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 26. Mai 1999

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Aktenzeichen: 198 17 469.1

Keller

Best Available Copy

Anmelderin:

Fraunhofer-Gesellschaft
zur Förderung der angewandten Forschung e.V.
Leonrodstr. 54
80636 München



98/34163-IFAM4

20.04.98

Te/ek

Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen

Die Erfindung betrifft eine Wärmebehandlungsanlage, insbesondere einen Wärmebehandlungsofen.

Im Ofenbau unterscheidet man im wesentlichen drei Gruppen von Anlagen Luft-, Schutzgas-/Vakuum- und Reaktionsgas-Öfen.

Die Entwicklung effektiverer Methoden des Energieeinsatzes bei Glühprozessen haben in den letzten Jahrzehnten den „Luftofenbau“ bestimmt. Durch den Einsatz hochporöser keramischer Isolationsstoffe gelingt es, die Öfen kompakter zu bauen und den ergebnisbezogenen Energieeinsatz (Gas, Elektroenergie und andere) zu reduzieren. Als Isolierstoffe können keramische Leichtsteine oder mineralische Faserkonstruktionen eingesetzt werden. Die Gruppe der Schutzgas-/ Vakuum-Öfen umfaßt Anlagen, in denen das Glühgut vor dem umgebenden Medium (Luft, Ofenwerkstoff) geschützt wird. Dabei kommen als Atmosphären Schutz- bzw. Inertgase oder Vakua mit unterschiedlichen Restgasanteilen (vor allem Sauerstoff bzw. Luft) in Frage. Dabei werden je nach Temperaturbereich metallische oder keramische Konstruktions- und Funktionswerkstoffe eingesetzt. In diesen Anlagen ist häufig das Konzept der „Strahlungskühlung“ im Einsatz, das eine geringe Ofenmasse, hohe Aufheizgeschwindigkeit und eine hochreine Atmosphäre der Wärmebehandlungsanlage erlaubt. Innerhalb dieser Gruppe nehmen mit Graphitwerkstoffen isolierte und beheizte Öfen eine wichtige Rolle ein. Die Gruppe der Reaktionsgas-Öfen, in denen eine bestimmte Ofenatmosphäre (N_2 , H_2 , ...) für die Ausbildung oder Verbesserung der Glühguteigenschaften erforderlich ist, haben einen festen Platz in der industriellen Nutzung sowie der Forschung und Entwicklung. Bei diesen Thermprozeßanlagen hängt die Art der Ofenauskleidungen (Isolierstoffe) und Konstruktionsbauteile des Ofens von der Reaktivität des Reaktionsgases gegenüber diesen ab.

Es ist bekannt, daß für Wärmebehandlungsprozesse an Luft sogenannte Kanthal-Super-Heizelemente bis zu Temperaturen von $1850^{\circ}C$ zum Einsatz kommen. Derartige Heizer



sind nur in sehr einfacher Form herstellbar und enthalten neben der MoSi_2 -Hauptphase glasige Anteile, die zur Herstellung und Gewährleistung des Oxidationsschutzes bei Extremtemperaturen erforderlich sind. Der Nachteil dieses Werkstoffes ist seine sehr geringe Hochtemperaturfestigkeit (aufgrund der hohen Glasphasenbestandteile).

Aufgabe der Erfindung ist es, eine neuartige Konstruktion unter Verwendung neuartiger Hochtemperaturwerkstoffe für Wärmebehandlungsanlagen anzugeben, wobei keinerlei Partikel- oder Faserbestandteile bei der Herstellung/Verarbeitung und während des Betriebes der Aggregate freigesetzt werden.

Die vorgeschlagene Lösung geht von hochentwickelten Hochtemperaturwerkstoffen (Silicidcompositen, Aluminiden, Keramiken, Gläsern,...) aus. Je nach Temperaturbereich, in dem die Wärmebehandlungsanlage betrieben werden soll, sind entsprechende Materialien auszuwählen, die den Atmosphärenbedingungen genügen. Der am Beispiel von Silicidcompositen erläuterte Lösungsweg geht davon aus, daß der Silicid-Konstruktionswerkstoff als großflächige Platten und komplizierte Bauteile, ohne festigkeitsmindernde Glasphasenbestandteile hergestellt werden kann. Gegenüber der reinen Silicidphase werden durch die Ergebnisse der Werkstoffforschungen Möglichkeiten geschaffen, die Hochtemperaturfestigkeit durch keramische oder Hartstoffeinelagerungen zu verbessern. Durch den Einsatz von Hochtemperatur-Kompositen, deren Oxidationsschutz auf der Bildung glasiger Oberflächen beruht, wird ein Eindringen des Sauerstoffes in den Werkstoff verhindert. Für den Ofenbau allein werden folgende technische Lösungen vorgeschlagen, die ein unterschiedliches Niveau der Anwendung der geschilderten Erkenntnisse darstellen:

- Auskleidung vorhandener faserisolierter Wärmebehandlungsanlagen mit Silicidcompositblechen und Ergänzung durch erforderliche Konstruktionsbauteile aus dem gleichen Werkstoff.
- Aufbau von Hochtemperaturöfen, die durch geeignete Silicid-Strahlungsbleche und konvektionsmindernde Maßnahmen wärmeisoliert werden.
- Verwendung von hochporösen Hohlkugelschüttungen aus hochtemperaturbeständigen Werkstoffen, die bei Oxidation oder anderweitigem Hochtemperaturbetrieb weder Fasern noch Partikel freisetzen.



Die Erfindung betrifft das Gebiet der Wärmebehandlungsanlagen, in denen mineralische Faserwerkstoffe oder poröse keramische Komponente eingesetzt werden, um die Ofenkonstruktion (Stabilität) und die thermische Isolation zu gewährleisten. Weitere Anlagen bei denen bestimmte Betriebskomponenten vor hohen Temperaturen und/ oder bestimmten Medien geschützt werden sollen (Hochtemperaturhitzeschilde) fallen ebenso in das Anwendungsgebiet der Erfindung. Diesen Anlagen werden durch unterschiedliche Energieträger (Elektroenergie, Brenngase u.a.) Leistung zugeführt, die effizient für den Glühprozeß genutzt werden soll. Die vorgeschlagene technische Lösung bezieht sich vor allem auf Anlagen, die Faserstoffe und poröse Keramikkomponenten enthalten. Insbesondere sind das auch andere Einsatzgebiete bei denen Werkstoffe mit geringer Wärmeleitfähigkeit und geringer Dichte eingesetzt werden, die bei weitaus niedrigeren Temperaturen betrieben werden, wo heute noch mineralische Fasern oder ähnliche Produkte bei der Wärmeisolation zu Einsatz kommen. Mit der erfindungsgemäß vorgeschlagenen Lösung ist es möglich, vorhandene faser- und partikelfreisetzende Anlagen durch geeignete Auskleidungen von diesem Mangel zu befreien, d.h. zu sanieren. Darüber hinaus sind neuartige Heizerkonzepte in Form von Flächenheizern realisierbar, die eine verbesserte Temperaturverteilung in der Wärmebehandlungsanlage erlauben. Auch die Strahlungskühlung im Bereich der Luftöfen wird durch den Einsatz dieser neuartigen Werkstoffe, die bis zu höchsten Temperaturen an Luft eingesetzt werden können, möglich. Dabei ist zu berücksichtigen, daß diese Werkstoffe in geeigneter Bauform hergestellt werden und den Bedingungen großflächiger Heizer und Strahlungsblechen gerecht werden müssen. Im Vergleich mit konventionellen metallischen Strahlungsblechen sind bei spröden Werkstoffen Veränderungen im konstruktiven Aufbau erforderlich.

Es werden Anlagen vorgeschlagen, die sowohl unter Schutzgasen, unter Vakuum als auch an Luft betrieben werden und somit die grundsätzliche Möglichkeiten bieten, den Investitionsaufwand zu reduzieren. Eine zum Teil geringere Masse der Ofenauskleidungen ermöglicht das Herabsetzen des spezifischen Energieverbrauches der Anlage. Da es sich bei den zu verwendenden Werkstoffen um metallische Bauteile handelt, die eine gute Wärmeleitfähigkeit/gute Temperaturwechselbeständigkeit zeigen, erlauben die zu entwickelnden Anlagen höchste Aufheizgeschwindigkeiten, da auch die zu erwärmende Ofenmasse sehr gering ist.

Eine weiterer Vorteil besteht darin, daß durch neuartige Konzepte ausgeschlossen wird, daß Fasern und/oder Partikel auf das Glühgut gelangen, wodurch bisher bekannte Qualitätsverluste bei entsprechenden Glühprozessen am Glühgut vermieden werden.



Die bekannten Vorteile hochporöser Isolationsstoffe werden genutzt und die erkannten Nachteile werden vermieden, wenn zum Beispiel Hohlkugelschüttungen aus Silicid-Kompositen oder entsprechenden geeigneten metallischen und intermetallischen Werkstoffen die Faserstoffe oder porösen Keramiken ersetzen.

Die Erfindung wird anhand von Figuren näher erläutert:

Fig. 1:

Ein konventioneller Hochtemperatur-Muffel-Ofen, der Luft als Prozeßgas verwendet, besteht aus einem Gehäuse 1, das zum Zweck der Konvektionskühlung Lüftungsschlitze 2 und 3 enthält. Der Ofen steht auf Füßen 4, die einen Luftzutritt von unten ermöglichen. Die thermische Isolation erfolgt durch Fasermatten 5 im äußeren Bereich der Muffel und durch keramische Leichtsteine 6, die die Muffel bilden. Der Ofen wird durch den Heizer 7 elektrisch beheizt, eine Regelung und Leistungseinspeisung erfolgt mittels Stromversorgung 8. Die Blechumhüllung 11 sorgt für die Verminderung des Faserfluges aufgrund der Konvektionsluft zwischen 1 und 5. Die erfinderische Lösung wird durch die komplette Auskleidung der inneren Muffel mit einem Silicid-Blech, einschließlich der erforderlichen Konstruktionsbauteile aus dem gleichen Werkstoff, erreicht. Während des Betriebes der Anlage wird nunmehr verhindert, daß bei raschen Temperaturwechseln oder anderweitigen Prozesse Partikel lösen ablösen und auf das Glühgut (9) fallen und dieses schädigen.

Fig. 2:

Entsprechend Beispiel 1 (nachstehend) werden Strahlbleche 4 und 5 unterschiedlicher Größe und Konstruktionsbauteile 3, 4 und 6 gefertigt, die den Aufbau gemäß Skizze 2 zulassen. Die Konstruktion des Ofens ist identisch der eines Vakuumofens, dessen Außenhaut 1 durch Strahlungsbleche vor Überhitzung geschützt wird. Ein derartiger Ofen kann nun auch an Luft eingesetzt werden, wobei die Anzahl der Strahlbleche gegenüber einem vergleichbaren Vakuumofen vergrößert werden muß, da der Anteil der Konvektion über die Luft den Wärmetransport temperaturabhängig erhöht. Zum Betreiben eines derartigen Ofens eine Leistungsregelung 8 und Heizer 7 erforderlich. Die Skizze 2 zeigt weiterhin die Füße 2 des Ofens und das zu behandelnde Glühgut 9.

Fig. 3:

Der grundsätzliche Aufbau entspricht dem des strahlunggeköhlten Hochtemperatur-Luftofens aus Fig. 2, wobei jedoch die Bereiche zwischen dem äußersten Strahlblech



und dem Gehäuse mit einer Schüttung 10 aus Hohlkugeln eines metallischen Werkstoffs (Edelstahl, Silicid-Komposite) gefüllt sind, die die Luft-Konvektion annähernd vollständig beseitigen.

Eine Verwendung der Erfindung wird im nachfolgenden Beispiel beschrieben:
Beispiel 1:

Mo- und Si-Pulver werden in einer Hochenergiemühle zu einem feindispersen Kompositpulver gemahlen, wobei die Elemente Mo und Si vorzugsweise laminar verteilt sind und die Lamellenabstände einige 10 nm betragen. Diesem Pulver, das aus Agglomeraten besteht, die einige μm im Durchmesser betragen, wird SiC-Pulver (Teilchengröße ca. 1 bis 10 μm) zugesetzt und bis zur homogen Verteilung gemischt. Aus der Mo-, Si- und SiC-Mischung werden durch Heißpressen Bleche mit einer Dicke von ca. 2 mm hergestellt. Entsprechend der Konstruktion der auszukleidenden Muffel gemäß Figur 1 erfolgt der Zusammenbau der Auskleidung, wobei geeignete Konstruktionsteile (Stäbe, Stifte, Winkel etc.) aus dem gleichen Werkstoff, das heißt den gleichen Ausgangspulvern durch Heißpressen und Herausschneiden aus hinreichend großen Halbzeugen gefertigt werden.

Die auf diese Weise erzeugte Auskleidung ermöglicht eine komplette Abschirmung des Glühgutes vor herunterfallenden Keramikpartikeln und damit die Schädigung des Glühgutes bis zu höchsten Temperaturen (etwa 1600°C).

Anmelderin:

Fraunhofer-Gesellschaft
zur Förderung der angewandten Forschung e.V.
Leonrodstr. 54
80636 München

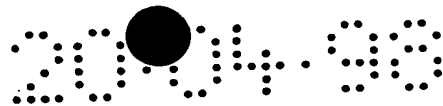
98/34163-IFAM4

20.04.98

Te/ek

Patentansprüche

1. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen **dadurch gekennzeichnet, daß** als Werkstoffe, die mit der Ofenatmosphäre Kontakt haben, Hochtemperaturkomposite eingesetzt werden.
2. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, daß** als Strahlungsbleche dünnwandige, großflächige MoSi₂-Komposite eingesetzt werden.
3. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet, daß** als oxidationsbeständige Werkstoffe Silizid-Komposite zum Einsatz kommen.
4. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 3 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Silizid Oxide, Karbide oder Boride enthalten.
5. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 4 **dadurch gekennzeichnet, daß** großflächige Bleche aus hochschmelzenden Metallen eingesetzt werden, die mit einer 5-1000µm dicken Schicht aus dem Silizid-Komposit versehen sind.
6. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 5 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Silizid-Kompositschicht mit ihrem Ausdehnungskoeffizienten an den Ausdehnungskoeffizienten des Refraktärmetallblech angepaßt ist.
7. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 5 oder 6 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Silizidschicht gradiert aufgebaut ist.



8. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der Ansprüche 5 bis 7 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Silizid-Komposit-Schicht zusätzlich eine äußere Glasschicht, bestehend aus SiO_2 , $\text{SiO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ aufweist.
9. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** der Refraktärmetallkern, die Silizid-Komposit-Schicht sowie die schützende Oxidschicht durch pulvertechnologische Verfahren, einschließlich Sintern hergestellt wurden
10. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** ein binäres Silizid mit hohem Schmelzpunkt verwendet wird.
11. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** Mischsilizide aus den binären Siliziden, insbesondere nach Anspruch 10 verwendet werden.
12. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** ternäre Silizide verwendet werden.
13. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** die Silizide durch ein modifiziertes reaktionspulvermetallurgisches Verfahren hergestellt werden.
14. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** großflächige Bauteile durch Foliengießen, gefolgt von üblichen Entbinderungs- und Sinterverfahren für Hochtemperatursilizide gefertigt werden.
15. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der Ansprüche 1 bis 14 **dadurch gekennzeichnet, daß** großflächige Bauteile durch Metallpulverspritzguß oder Extrudieren hergestellt werden, wobei die Entbinderungs- und Sinterverfahren entsprechend Anspruch 14 erfolgen.
16. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** die Silizidschicht und/oder die SiO_2 -Schicht durch Naßpulverspritzen erzeugt wird.

17. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** die Ofenbauteile, insbesondere die Strahlungsbleche so aufgebaut sind, daß zwischen den Silizidblechen eine Zwischenschicht aus Silizidmaterial mit einer offenen und/oder geschlossenenporigen Struktur vorliegt.
18. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 17 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zwischenschicht aus offen oder geschlossen Hohlkugeln oder offenen oder geschlossen porigen Schäumen des entsprechenden Silizidmaterials oder/ und eines anderen, den Betriebsbedingungen angepaßten Werkstoff, wie Metall, Legierung, intermetallischer Phase, Keramik oder Gläser besteht und bei geschlossener Porosität der Porenraum verdünnte Gase bzw. Vakuum enthält.
19. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der Ansprüche 1 bis 15 **dadurch gekennzeichnet, daß** die schützende Silizidschicht durch Schlickergießen oder Eintauchen in einen Schlicker erzeugt und gemäß Anspruch 14 weiterverarbeitet wird.
20. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** alle Konstruktionsbauteile des Ofens, die bei Hochtemperatur an Luft betrieben werden aus Werkstoffen gemäß der Ansprüche 13 bis 19 gefertigt werden.
21. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** die eingesetzten Werkstoffe vor dem Langzeiteinsatz durch Oxidation konditioniert werden.
22. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 4 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Strahlungsbleche Befestigungselemente unterschiedlicher Ausführung enthalten, die Bestandteil des Bleches sind.
23. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** die aus Silizidwerkstoffen herzustellenden Ofenkomponenten durch druckloses Sintern von Grünkörpern hergestellt werden
24. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen Anspruch 23 **dadurch gekennzeichnet, daß** das Sintern durch Anwendung äußerer Kräfte unterstützt wird.



25. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen Anspruch 24 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Kräfte statischer oder dynamischer Art sind.
26. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen Anspruch 25 **dadurch gekennzeichnet, daß** das Sintern durch „innere“ Kräfte im Bauteil unterstützt werden kann, die eine gleichmäßige flächenhafte Verdichtung der 2-dimensionalen Komponenten unterstützen
27. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach Anspruch 26 **dadurch gekennzeichnet, daß** die Kräfte durch die Schwerkraft des Bauteiles oder durch geeignete Formgebung der 2-dimensionalen Körper hervorgerufen werden
28. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** das Sinterverhalten der 2-dimensionalen Komponenten durch flächige oder 3-dimensionale Kopplung des herzustellenden Bauteiles mit geeigneten sinteraktiven Pulvern oder Grünteilen des gleichen oder eines anderen Materials beeinflusst wird
29. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** der Schritt des drucklosen Reaktionssinterns mit einem Formgebungsschritt zur Herstellung von nichtebenen Strukturen gekoppelt ist.
30. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der Ansprüche 13 bis 19 **dadurch gekennzeichnet, daß** die gemäß Ansp. 15-21 herzustellenden Komponenten gekrümmte Kacheln sein können
31. Wärmebehandlungsanlage, insbesondere Wärmebehandlungsofen nach einem der vorangegangenen Ansprüche **dadurch gekennzeichnet, daß** zum Ausgleich von mechanischen Spannungen in den durch Hochtemperatur belasteten Bauteilen aufgrund von lokalen Temperaturunterschieden Soll-Bruchstellen vorgesehen sind.

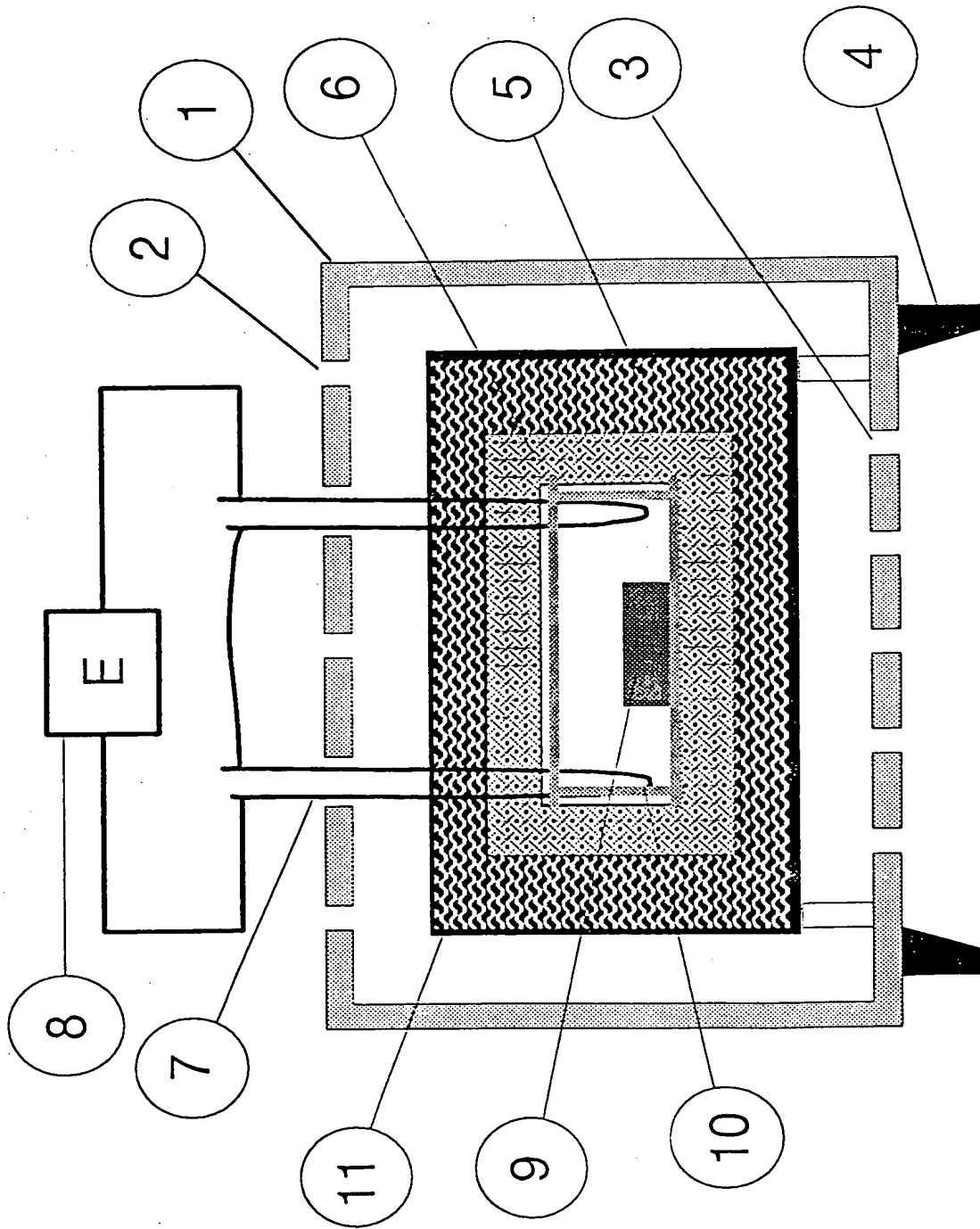


Fig. 1

2004-08

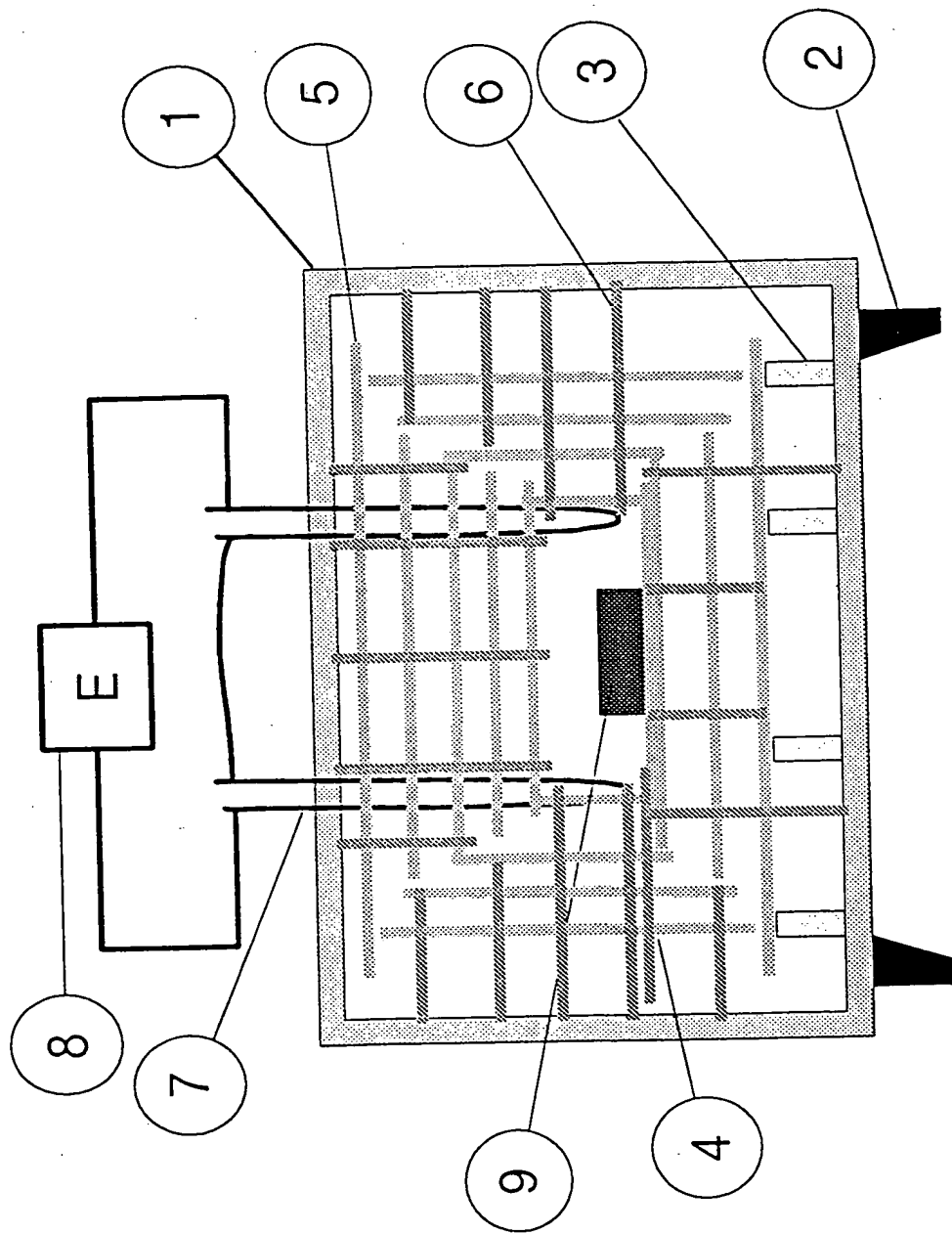


Fig. 2

3/3

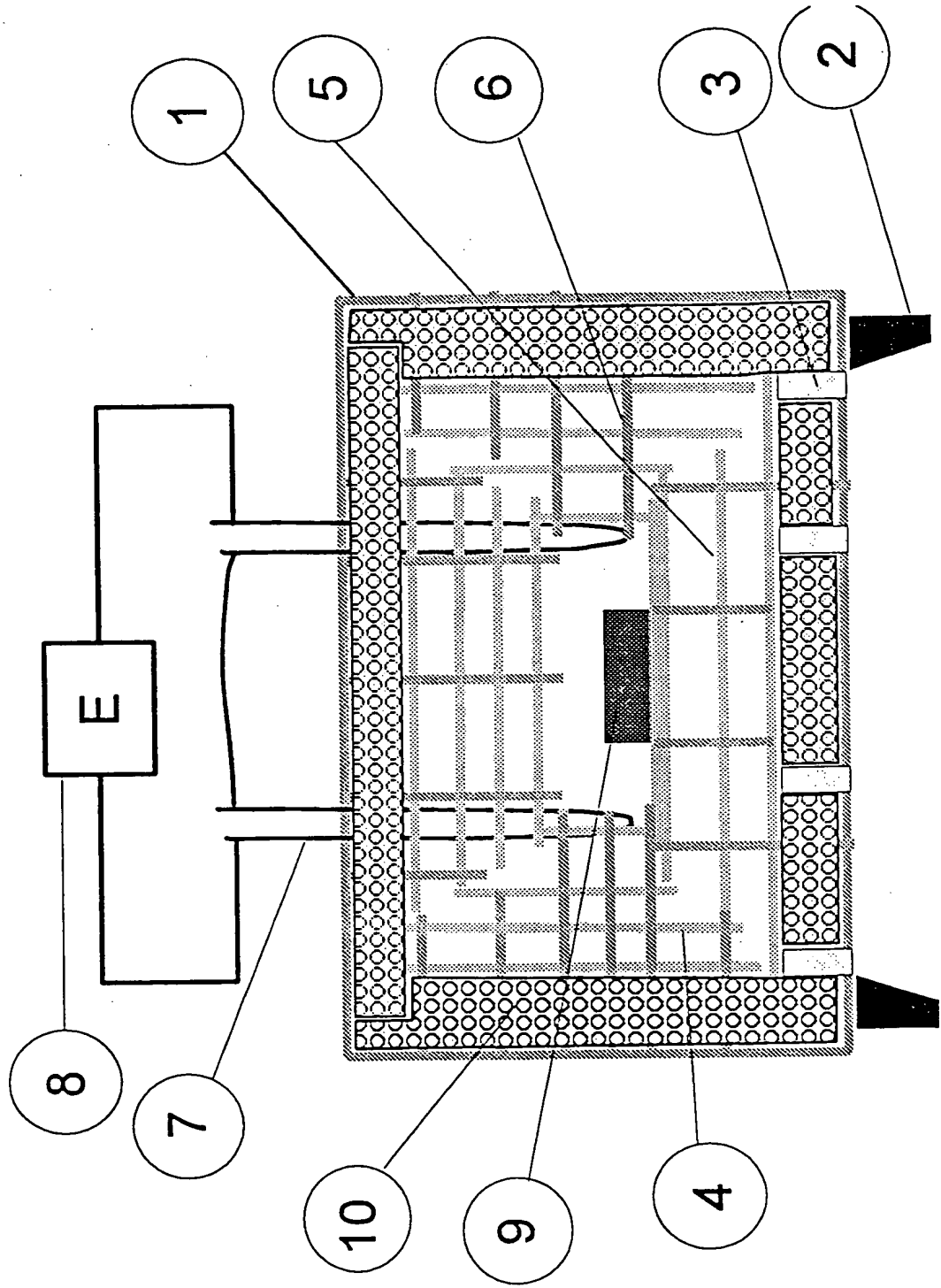


Fig. 3

2004-08

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.